



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 Patentschrift
10 DE 100 63 383 C 1

61 Int. Cl.⁷:
C 23 C 14/34
B 22 D 15/00
B 22 D 19/16
B 22 D 27/04

21 Aktenzeichen: 100 63 383.8-45
22 Anmeldetag: 19. 12. 2000
43 Offenlegungstag: -
45 Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 14. 3. 2002

DE 100 63 383 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 Patentinhaber:
W.C. Heraeus GmbH & Co. KG, 63450 Hanau, DE

74 Vertreter:
Kühn, H., Pat.-Ass., 63450 Hanau

72 Erfinder:
Heck, Ralf, 63454 Hanau, DE; Jüttner, Rainer, 63594 Hasselroth, DE; Lupton, David Francis, Dr., 63571 Gelnhausen, DE; Maier, Egon, 63594 Hasselroth, DE; Mainz, Peter, 63549 Ronneburg, DE; Manhardt, Harald, 63486 Bruchköbel, DE; Stenger, Bernd, 63546 Hammersbach, DE; Zingg, Holger, 63599 Biebergemünd, DE

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

| | |
|-------|--------------|
| DE-AS | 24 27 098 |
| DE | 42 16 870 A1 |
| DE | 35 32 131 A1 |
| US | 53 54 446 |
| EP | 00 92 477 A1 |

54 Verfahren zur Herstellung eines Rohrtargets und Verwendung

57 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Rohrtargets für Kathodenzerstäubungsanlagen, wobei das Rohrtarget aus einem metallischen Innenrohr aus einem ersten Material mit einem ersten Schmelzpunkt T_{s1} von ≥ 900 K und einem das Innenrohr konzentrisch umgebenden metallischen Außenrohr aus einem zweiten Material mit einem zweiten Schmelzpunkt T_{s2} von ≤ 800 K gebildet wird und wobei der Innendurchmesser des Außenrohres mit dem Außendurchmesser des Innenrohres formschlüssig und mechanisch fest verbunden wird. Ein einfaches und kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Rohrtargets für Kathodenzerstäubungsanlagen, mit dem in einem zu zerstäubenden Außenrohr mit einem Schmelzpunkt ≤ 800 K eine hohe Reinheit und ein gerichtetes Gefüge erzeugt werden kann, wird dadurch bereitgestellt, dass das Außenrohr durch Gießen des zweiten Materials in schmelzflüssigem Zustand in eine zylindrische, senkrecht stehende beheizte Gießkokille gebildet wird, wobei die Gießkokille einen beheizten Dorn aufweist, der aus dem Innenrohr gebildet wird, und dass nach Befüllen eines Raumes zwischen Gießkokille und Innenrohr mit dem schmelzflüssigen zweiten Material ein erster Temperaturgradient zwischen Innenrohr und Gießkokille ausgebildet wird, dass ein zweiter Temperaturgradient zwischen Unter- und Oberseite der Gießkokille ausgebildet wird und dass das Außenrohr gleichzeitig von innen nach außen und von unten nach oben abgekühlt wird.

BEST AVAILABLE COPY

DE 100 63 383 C 1

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Rohrtargets für Kathodenzerstäubungsanlagen, wobei das Rohrtarget aus einem metallischen Innenrohr aus einem ersten Material mit einem ersten Schmelzpunkt T_{s1} von ≥ 900 K und einem das Innenrohr konzentrisch umgebenden metallischen Außenrohr aus einem zweiten Material mit einem zweiten Schmelzpunkt T_{s2} von ≤ 800 K gebildet wird und wobei der Innendurchmesser des Außenrohres mit dem Außendurchmesser des Innenrohres formschlüssig und mechanisch fest verbunden wird. Die Erfindung betrifft weiterhin die Verwendung des Verfahrens.

[0002] Immer häufiger werden Rohrtargets beziehungsweise rotierende Targets gegenüber planaren Targets zur Herstellung dünner Schichten bevorzugt, da sie eine höhere Materialausbeute beim Abscheideprozess, auch Sputterprozess genannt, ermöglichen. Besonders vorteilhaft ist die Verwendung von Rohrtargets bei der Herstellung oxidischer dünner Schichten durch reaktives Sputtern von Metallen unter sauerstoffhaltigen Atmosphären. Dabei werden vorzugsweise die Oxide niedrigschmelzender Metalle wie Zinn, Zink, Indium, Wismut oder deren Legierungen als dünne Schichten abgeschieden. Diese niedrigschmelzenden Metalle neigen bereits bei Raumtemperatur oder bei den leicht erhöhten Temperaturen während des Sputterprozesses zum Kriechen. Das Kriechen tritt bei Temperaturen auf, die gleich oder höher 40% der Schmelztemperatur des betreffenden Metalles betragen. Um eine Kriechverformung zu verhindern, werden Außenrohre aus solchen Metalle üblicherweise durch ein, meist gekühltes, Innenrohr aus einem höherschmelzenden Material gestützt. Dabei muss eine flächige Verbindung mit guter Haftfestigkeit hergestellt werden, um einen guten Wärmeübergang zu gewährleisten.

[0003] US 5,354,446 offenbart unterschiedliche Herstellungsverfahren für Rohrtargets mit einem Innenrohr beziehungsweise einem Targetstützrohr und einem Außenrohr beziehungsweise einem Targetrohr aus weichen, niedrigschmelzenden oder bruchanfalligen Metallen oder Legierungen.

[0004] Dabei wird einerseits ein Verfahren beschrieben, bei dem das Außenrohr durch thermisches Spritzen auf das Innenrohr aufgebracht wird. Ein weiteres Verfahren offenbart, das zylindrische Außenrohr durch ein Indium-Lot mit dem Innenrohr zu verbinden. Zudem wird die Verwendung von haftverbessernden Schichten zwischen Innen- und Außenrohr beschrieben, die eine Anpassung zwischen den unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von innen- und Außenrohr herstellen. Weiterhin wird ein Verfahren beschrieben, bei dem das Außenrohr durch heißisostatisches Pressen auf das Innenrohr aufgebracht wird.

[0005] Die genannten Verfahren sind aufwendig, zum Teil problematisch und kostenintensiv. So ist das vollflächige Verbinden von Innen- und Außenrohr durch Löten generell aufgrund der geometrischen Verhältnisse schwierig. Besonders schwierig gestaltet sich dieses Verfahren aber dann, wenn ein Außenrohr aus niedrigschmelzendem Material gelötet werden soll, da die Schmelzpunkte von Außenrohr und Lot oft in sehr ähnlichen Bereichen liegen.

[0006] Beim Auftrag des Außenrohres durch thermisches Spritzen ergeben sich Unregelmäßigkeiten im Gefüge des Außenrohres. Diese Unregelmäßigkeiten sind einmal durch Gaseinschlüsse in Form von Poren, Gaseinschlüsse in gelöster Form oder durch Einschlüsse von Oxidpartikeln in metallischen Spritzschichten gegeben. Durch den prozesstechnisch beim thermischen Spritzen erforderlichen Auftrag in Schichten entsteht zudem im Außenrohr ein ungleichmäßiges Gefüge mit Schalenaufbau, wobei die Haftung am In-

nenrohr schlecht ist. Solche Gefügestörungen äußern sich im Kathodenzerstäubungsvorgang in ungleichmäßigen Abscheideraten. Gaseinschlüsse in Poren können zu Verpuffungen und Materialabplatzungen führen, da die Kathodenzerstäubung unter Vakuum erfolgt. Im Gefüge gelöster Sauerstoff beeinflusst und erschwert die Einstellung der Stöchiometrie bei der Abscheidung eines Oxids.

[0007] Auch die Herstellung von zylindrischen Metallrohren durch Gießen ist bekannt. So offenbaren DE 24 27 098 B1, DE 35 32 131 A1 und DE 42 16 870 A1 jeweils Gießverfahren zur Herstellung von Metallteilen mit Hilfe von Gießkokillen, wobei eine gerichtete Erstarrung der Metallschmelze angestrebt wird, um ein möglichst gleichmäßiges, gerichtetes Gefüge herzustellen. Die gerichtete Erstarrung der Metallschmelze wird durch Abkühlung in einem gerichteten Temperaturfeld erreicht, wobei die Gießkokille von unten nach oben abgekühlt wird. Der Temperaturgradient wird beispielsweise dadurch erreicht, dass die Gießkokille in ein Tauchbad gesenkt, mit Luft gekühlt oder mit Heizelementen umgeben wird.

[0008] EP 092 477 A1 offenbart den senkrechten Hohl-guss eines Stahlblocks in einer Gießkokille, wobei ein gekühlter, metallischer Hohlorn verwendet wird. In den Hohlorn wird zum Kühlen Gas oder Nebel eingeleitet, wobei das Gas oder der Nebel vom Kokillenboden aus entlang des Hohlorns in Richtung der Oberseite der Gießkokille strömt. Der Hohlorn haftet nach dem Abkühlen der Kokille am Stahlblock, ohne dass eine metallische Verbindung zwischen den beiden ausgebildet wird, wie sie bei einem Verschweißen oder Verlöten entstehen würde. Damit wird ein Durchbruch beziehungsweise ein Durchschmelzen des Hohlorns beim Gießen sowie die Bildung von Warmrissen im gegossenen Stahlblock vermieden.

[0009] Es stellt sich das Problem, ein einfaches und kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Rohrtargets für Kathodenzerstäubungsanlagen bereitzustellen, mit dem in einem zu zerstäubenden Außenrohr mit einem Schmelzpunkt ≤ 800 K eine hohe Reinheit und ein gerichtetes Gefüge erzeugt werden kann. Es stellt sich weiterhin das Problem, eine Verwendung für ein solches Verfahrens anzugeben.

[0010] Das Problem wird dadurch gelöst, dass das Außenrohr durch Gießen des zweiten Materials in schmelzflüssigem Zustand in eine zylindrische, senkrecht stehende beheizte Gießkokille gebildet wird, wobei die Gießkokille einen beheizten Dorn aufweist, der aus dem Innenrohr gebildet wird, und dass nach Befüllen eines Raumes zwischen Gießkokille und Innenrohr mit dem schmelzflüssigen zweiten Material ein erster Temperaturgradient zwischen Innenrohr und Gießkokille ausgebildet wird, dass ein zweiter Temperaturgradient zwischen Unter- und Oberseite der Gießkokille ausgebildet wird und dass das Außenrohr gleichzeitig von innen nach außen und von unten nach oben abgekühlt wird.

[0011] Dieses Verfahren hat den Vorteil, dass eine ausreichende Nachspeisung des Gussteils erfolgen kann und damit eine Lunkerbildung minimiert wird. Eingeschlossene Gasblasen können nach oben aus der Gießkokille entweichen. Es entsteht ein gerichtetes, sehr gleichmäßiges und sauberes Gefüge mit stengeligen Kristalliten, wobei die Stengel senkrecht zur Oberfläche des Außenrohres angeordnet sind. Zudem wird zwischen dem Außen- und dem Innenrohr eine metallische Verbindung erzeugt, die in einer hohen Haftfestigkeit und einem idealen Wärmeübergang resultiert.

[0012] Vorzugsweise wird das zweite Material unter Inertgas oder im Vakuum erschmolzen und anschließend über eine Flüssigmetallpumpe oder einen Siphon in die Gießkokille transportiert, um die Bildung von Oxiden beziehungs-

weise Verunreinigungen so weit wie möglich zu unterdrücken.

[0013] Der zweite Temperaturgradient wird vorzugsweise dadurch ausgebildet, dass die Gießkokille durch mindestens zwei getrennt regelbare, die Gießkokille jeweils radial umschließende Heizvorrichtungen beheizt wird. Dabei ist es von Vorteil, als Heizvorrichtungen elektrische Heizmatten zu verwenden. Solche Heizmatten sind aus Heizleitern, eingebettet in ein isolierendes Material, gebildet und durch ihre Flexibilität formschlüssig um die Gießkokille zu legen.

[0014] Das Innenrohr wird vorzugsweise über seinen Innendurchmesser mit heißem Gas oder Dampf geheizt.

[0015] Gießkokille und Innenrohr werden dabei bevorzugt auf eine Temperatur im Bereich von 400 K bis 850 K vorgeheizt, bevor der Gießprozess beginnt. Das Vorheizen verhindert ein zu rasches Erstarren der Schmelze an der Innenwandung der Gießkokille und der Außenwand des Innenrohrs, das zu Unregelmäßigkeiten im Gefüge des Außenrohrs führen würde. Besonders bewährt hat sich dabei, zumindest die Gießkokille auf eine Temperatur vorzuheizen, die größer als der Schmelzpunkt T_{S2} des zweiten Materials ist, so dass beim Befüllen eine Erstarrung der Schmelze an der Innenwandung der Gießkokille vollständig vermieden wird.

[0016] Als erstes Material haben sich Edelstahl, Aluminium oder Kupfer bewährt. Die Schmelzpunkte dieser Materialien sind signifikant höher als die des ersten Materials und damit während des Gießvorganges ein Durchschmelzen des Innenrohrs auszuschließen.

[0017] Als zweites Material wird bevorzugt Zinn, Zink, Wismut, Indium oder eine Legierung aus diesen verwendet. [0018] Um die Ausbildung der metallischen Verbindung zwischen dem Außen- und dem Innenrohr zu verbessern, kann das Innenrohr vor dem Gießen vorbehandelt werden, indem auf seinem Außendurchmesser eine Haftvermittlerschicht mit einer Dicke im Bereich von 5 µm bis 500 µm aufgetragen wird.

[0019] Dazu kann unter Verwendung eines Flussmittels eine Lotschicht als Haftvermittlerschicht aufgetragen werden, die Haftvermittlerschicht zumindest teilweise durch galvanische oder stromlose Abscheidung hergestellt oder durch thermisches Spritzen hergestellt werden.

[0020] Es hat sich bewährt, ein Innenrohr aus Edelstahl zu verwenden und als Haftvermittlerschicht unter Verwendung des Flussmittels die Lotschicht aufzutragen, wobei die Lotschicht zumindest teilweise aus dem zweiten Material gebildet ist.

[0021] Weiterhin hat es sich bewährt, ein Innenrohr aus Aluminium oder Kupfer zu verwenden und die Haftvermittlerschicht zumindest teilweise durch galvanische oder stromlose Abscheidung herzustellen, wobei die Haftvermittlerschicht zumindest teilweise aus dem zweiten Material gebildet ist. Nach einer galvanischen oder stromlosen Abscheidung kann hier zusätzlich das Aufbringen einer Lotschicht sinnvoll sein. Außerdem hat es sich bewährt, die Haftvermittlerschicht durch thermisches Spritzen von insbesondere Nickel herzustellen.

[0022] Der erste Temperaturgradient wird idealerweise dadurch erzeugt, dass die Beheizung des Innendurchmessers des Innenrohrs abgeschaltet wird. Zusätzlich hat es sich bewährt, den Innendurchmesser des Innenrohrs mit kaltem Gas oder Dampf anzuströmen.

[0023] Der zweite Temperaturgradient wird vorzugsweise dadurch erzeugt, dass die mindestens zwei Heizvorrichtungen zeitlich verzögert abgeschaltet werden. Dazu wird zuerst die Heizvorrichtung in Nähe des Bodens der Gießkokille und nachfolgend die mindestens eine, daran angrenzende weitere Heizvorrichtung in Richtung der Oberseite

der Gießkokille abgeschaltet. Pro 30 cm bis 50 cm Gießkokillenlänge sollte dabei eine separat regelbare Heizvorrichtung vorgesehen sein, um einen sanften Verlauf des zweiten Temperaturgradienten zu erzeugen.

[0024] Um das Rohrtarget nach dem Abkühlen leicht aus der Gießkokille entnehmen zu können, sollte diese radial aus mindestens zwei Teilen gebildet sein.

[0025] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren werden vorzugsweise Außenrohre mit einer Dicke im Bereich von 3 mm bis 12 mm hergestellt.

[0026] Die Verwendung des Verfahrens zur Herstellung eines Rohrtargets für Kathodenzerstäubungsanlagen mit einem Sauerstoffgehalt im Außenrohr von ≤ 100 ppm und einem Gefüge, das sich aus Stengelkristalliten zusammensetzt, die senkrecht zur Oberfläche des Außenrohrs angeordnet sind, ist ideal.

[0027] Vorzugsweise wird das Verfahren verwendet, um einen Sauerstoffgehalt von ≤ 50 ppm beziehungsweise eine mittlere Korngröße der Stengelkristallite von 0,3 µm bis 15 µm einzustellen.

[0028] Folgende Ausführungs- und Vergleichsbeispiele sowie die Figurendarstellung sollen den Erfindungsgedanken beispielhaft erläutern.

Beispiel 1

Herstellung eines Rohrtargets mit einem Außenrohr aus Zinn und einem Innenrohr aus Edelstahl

Beispiel 2

Herstellung eines Rohrtargets mit einem Außenrohr aus Zink und einem Innenrohr aus Edelstahl

Vergleichsbeispiel

Herstellung eines Rohrtargets mit einem Außenrohr aus Zink durch thermisches Spritzen

[0029] Fig. 1: Gießvorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens mit einer Gießkokille mit geschlossenem Boden

[0030] Fig. 2: Gießvorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens mit einer Gießkokille mit einer Öffnung im Boden

Beispiel 1

[0031] Ein Innenrohr aus Edelstahl (Innendurchmesser 127 mm, Außendurchmesser 133 mm, Länge 1500 mm) wird auf seinem Außendurchmesser mittels eines handelsüblichen Flussmittels mit Zinn belotet. Das belotete Innenrohr wird zentrisch in einer zweiseitigen Gießkokille angeordnet. Die Gießkokille ist von außen durch Heizmatten auf ca. 300°C beheizt, das Innenrohr wird an seinem Innendurchmesser durch ein Heißluftgebläse ebenfalls auf ca. 300°C erwärmt. In einem Schmelztiegel, der durch einen Siphon (siehe auch Fig. 1) mit der Gießkokille verbunden ist, wird Zinn mit 99,99%-iger Reinheit unter Argon-Atmosphäre erschmolzen. Das erschmolzene Zinn wird über eine beheizte Rohrleitung in die Gießkokille geleitet und diese im Raum zwischen Innenrohr und Gießkokille bis zur Oberkante gefüllt. Nun wird das Heißluftgebläse abgeschaltet und vom Boden der Gießkokille beginnend die Heizmatten nacheinander abgeschaltet und entfernt. Durch Nachspeisung von erschmolzenem Zinn am oberen Ende der Gießkokille wird ein Absinken des Metallspiegels verhindert. Nach dem Abkühlen und vollständigen Erstarren des Zinns und

Ausbildung des Außenrohres in einer Dicke von 14 mm wurde die Gießkokille entfernt und das Außenrohr überdreht, um eine gleichmäßige Oberfläche zu erreichen. Außerdem wurde die Länge des Außenrohres auf 1350 mm eingestellt, wobei das Innenrohr aus Edelstahl an beiden Enden freigelegt wurde.

[0032] Nachuntersuchungen des Gefüges des Rohrtargets ergaben, dass sich stengelige Zinn-Kristallite mit einer mittleren Korngröße von 8 mm senkrecht zur Oberfläche des Außenrohres gebildet hatten, die sowohl über ihre Länge als auch ihren Umfang sehr gleichmäßig waren. Der Sauerstoffgehalt des Zinns betrug nach dem LECO-Heißeextraktionsverfahren 7 ppm. Einschlüsse, Poren oder Lunker konnten im Zinn nicht festgestellt werden. Eine Ultraschalluntersuchung zeigte, dass die Haftung des Außenrohres am Innenrohr ausgezeichnet war.

Beispiel 2

[0033] Ein Innenrohr aus Edelstahl (Innendurchmesser 127 mm, Außendurchmesser 133 mm, Länge 1500 mm) wird auf seinem Außendurchmesser mittels eines handelsüblichen Flussmittels mit Zink belotet. Das belotete Innenrohr wird zentrisch in einer zweiteiligen Gießkokille angeordnet. Die Gießkokille ist von außen durch Heizmatten auf ca. 500°C beheizt, das Innenrohr wird an seinem Innendurchmesser durch ein Heißluftgebläse ebenfalls auf ca. 500°C erwärmt. In einem Schmelztiegel, der durch einen Siphon (siehe auch Fig. 1) mit der Gießkokille verbunden ist, wird Zink unter Argon-Atmosphäre erschmolzen. Das erschmolzene Zink wird über eine beheizte Rohrleitung in die Gießkokille geleitet und diese im Raum zwischen Innenrohr und Gießkokille bis zur Oberkante gefüllt. Nun wird das Heißluftgebläse abgeschaltet und vom Boden der Gießkokille beginnend die Heizmatten nacheinander abgeschaltet und entfernt. Durch Nachspeisung von erschmolzenem Zink am oberen Ende der Gießkokille wird ein Absinken des Metallspiegels verhindert. Nach dem Abkühlen und vollständigen Erstarren des Zinks wurde die Gießkokille entfernt und das Rohrtarget wie in Beispiel 1 bearbeitet.

[0034] Nachuntersuchungen des Gefüges des Rohrtargets ergaben, dass sich stengelige Zink-Kristallite mit einer mittleren Korngröße von 1,7 mm senkrecht zur Oberfläche des Außenrohres gebildet hatten, die sowohl über ihre Länge als auch ihren Umfang sehr gleichmäßig waren. Der Sauerstoffgehalt des Zinns betrug nach dem LECO-Heißeextraktionsverfahren 20 ppm. Einschlüsse, Poren oder Lunker konnten im Zinn nicht festgestellt werden. Eine Ultraschalluntersuchung zeigte, dass die Haftung des Außenrohres am Innenrohr ausgezeichnet war.

Vergleichsbeispiel

[0035] Ein Zink-Draht mit einem Durchmesser von 3,1 mm und einem Sauerstoffgehalt von 28 ppm nach dem LECO-Heißeextraktionsverfahren wurde durch Flamm-spritzen unter Argon-Atmosphäre schichtweise (je Schicht ca. 0,1 mm) auf ein Innenrohr aus Edelstahl aufgebracht. Das erzeugte Außenrohr aus Zink hatte eine Dicke von 10 mm. [0036] Nachuntersuchungen des Gefüges des Rohrtargets ergaben, dass sich zwischen den nacheinander aufgetragenen Zink-Schichten mit einer Dicke von je ca. 0,1 mm viele oxidische Einschlüsse mit einem Durchmesser von je ca. 0,02 mm befanden. Auch wurde eine große Anzahl von Poren im Außenrohr festgestellt. Einzelne Kristallite konnten im metallographischen Schliff trotz einer 200 fachen Vergrößerung nicht gefunden werden. Ein Sauerstoffgehalt im Zink unter 2500 ppm (LECO-Heißeextraktionsverfahren)

konnte trotz wiederholter Versuche und Verbesserungsmaßnahmen nicht erreicht werden.

[0037] Fig. 1 zeigt eine zylindrische, senkrecht stehende Gießkokille 1a und ein in der Gießkokille 1a zentrisch angeordnetes Innenrohr 2. Die Gießkokille 1a ist von elektrischen Heizmatten 3a, 3b, 3c, 3d, 3e umgeben. Ein Heißluftgebläse 4 ist zur Erwärmung des Innenrohres 2 vorgesehen, wobei die heiße Luft am Boden der Gießkokille 1a zurück in Richtung des Heißluftgebläses 4 gelenkt wird. Ein Schmelztiegel 5 zur Aufnahme des zu erschmelzenden zweiten Materials ist oberhalb der Oberkante der Gießkokille 1a angeordnet und über einen Siphon beziehungsweise eine Rohrleitung 6 mit dem Raum zwischen Gießkokille 1a und dem Innenrohr 2 verbunden. Der Siphon beziehungsweise die Rohrleitung 6 ist durch Heizbänder 7 beheizt, um ein Abkühlen oder Erstarren des erschmolzenen zweiten Materials auf seinem Weg vom Schmelztiegel 5 in die Gießkokille 1a zu verhindern. Ein Ventil 8 zwischen Siphon beziehungsweise Rohrleitung 6 und Gießkokille 1a ermöglicht ein gezieltes Befüllen des Raumes zwischen Gießkokille 1a und Innenrohr 2.

[0038] Fig. 2 zeigt eine zylindrische, senkrecht stehende Gießkokille 1b und ein in der Gießkokille 1b zentrisch angeordnetes Innenrohr 2. Dabei Die Gießkokille 1 ist von elektrischen Heizmatten 3a, 3b, 3c, 3d, 3e umgeben. Ein Heißluftgebläse 4 ist zur Erwärmung des Innenrohres 2 vorgesehen. Hier ist das Innenrohr 2 durch eine Öffnung im Boden der Gießkokille 1b geführt, so dass die heiße Luft dort entweicht. Ein Schmelztiegel 5 zur Aufnahme des zu erschmelzenden zweiten Materials ist oberhalb der Oberkante der Gießkokille 1b angeordnet und über einen Siphon beziehungsweise eine Rohrleitung 6 mit dem Raum zwischen Gießkokille 1b und dem Innenrohr 2 verbunden. Der Siphon beziehungsweise die Rohrleitung 6 ist durch Heizbänder 7 beheizt, um ein Abkühlen oder Erstarren des erschmolzenen zweiten Materials auf seinem Weg vom Schmelztiegel 5 in die Gießkokille 1b zu verhindern. Ein Ventil 8 zwischen Siphon beziehungsweise Rohrleitung 6 und Gießkokille 1b ermöglicht ein gezieltes Befüllen des Raumes zwischen Gießkokille 1b und Innenrohr 2.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Rohrtargets für Kathodenzerstäubungsanlagen, wobei das Rohrtarget aus einem metallischen Innenrohr aus einem ersten Material mit einem ersten Schmelzpunkt T_{s1} von ≥ 900 K und einem das Innenrohr konzentrisch umgebenden metallischen Außenrohr aus einem zweiten Material mit einem zweiten Schmelzpunkt T_{s2} von ≤ 800 K gebildet wird und wobei der Innendurchmesser des Außenrohres mit dem Außendurchmesser des Innenrohres formschlüssig und mechanisch fest verbunden wird, dadurch gekennzeichnet, dass das Außenrohr durch Gießen des zweiten Materials in schmelzflüssigem Zustand in eine zylindrische, senkrecht stehende beheizte Gießkokille gebildet wird, wobei die Gießkokille einen beheizten Dorn aufweist, der aus dem Innenrohr gebildet wird, und dass nach Befüllen eines Raumes zwischen Gießkokille und Innenrohr mit dem schmelzflüssigen zweiten Material ein erster Temperaturgradient zwischen Innenrohr und Gießkokille ausgebildet wird, dass ein zweiter Temperaturgradient zwischen Unter- und Oberseite der Gießkokille ausgebildet wird und dass das Außenrohr gleichzeitig von innen nach außen und von unten nach oben abgekühlt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Gießkokille durch mindestens zwei ge-

trennt regelbare, die Gießkokille jeweils radial umschließende Heizvorrichtungen beheizt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass als Heizvorrichtungen elektrische Heizmatten verwendet werden.

4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Innenrohr über seinen Innendurchmesser mit heißem Gas oder Dampf beheizt wird.

5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Gießkokille und das Innenrohr auf eine Temperatur im Bereich von 400 K bis 850 K vorgeheizt werden.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest die Gießkokille auf eine Temperatur größer dem Schmelzpunkt T_{S2} des zweiten Materials vorgeheizt wird.

7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass als erstes Material Edelstahl, Aluminium oder Kupfer verwendet wird.

8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass als zweites Material Zinn, Zink, Wismut, Indium oder eine Legierung aus diesen verwendet wird.

9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Innenrohr vor dem Gießen vorbehandelt wird, indem auf seinem Außendurchmesser eine Haftvermittlerschicht mit einer Dicke im Bereich von 5 μm bis 500 μm aufgetragen wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass unter Verwendung eines Flussmittels eine Lotschicht als Haftvermittlerschicht aufgetragen wird.

11. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Haftvermittlerschicht zumindest teilweise durch galvanische oder stromlose Abscheidung hergestellt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Haftvermittlerschicht durch thermisches Spritzen hergestellt wird.

13. Verfahren nach den Ansprüchen 8, 9 und 10, dadurch gekennzeichnet, dass ein Innenrohr aus Edelstahl verwendet wird, dass als Haftvermittlerschicht unter Verwendung des Flussmittels die Lotschicht aufgetragen wird und dass die Lotschicht zumindest teilweise aus dem zweiten Material gebildet ist.

14. Verfahren nach den Ansprüchen 8, 9 und 11, dadurch gekennzeichnet, dass ein Innenrohr aus Aluminium oder Kupfer verwendet wird, dass die Haftvermittlerschicht zumindest teilweise durch galvanische oder stromlose Abscheidung hergestellt wird und dass die Haftvermittlerschicht zumindest teilweise aus dem zweiten Material gebildet ist.

15. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Haftvermittlerschicht durch thermisches Spritzen von Nickel hergestellt wird.

16. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass der erste Temperaturgradient dadurch erzeugt wird, dass die Beheizung des Innendurchmessers des Innenrohres abgeschaltet wird.

17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass der erste Temperaturgradient dadurch erzeugt wird, dass der Innendurchmesser des Innenrohres mit kaltem Gas oder Dampf angeströmt wird.

18. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 2 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass der zweite Temperaturgradient dadurch erzeugt wird, dass die minde-

stens zwei Heizvorrichtungen zeitlich verzögert abgeschaltet werden.

19. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Gießkokille radial aus mindestens zwei Teilen gebildet ist.

20. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass das Außenrohr mit einer Dicke im Bereich von 3 mm bis 12 mm hergestellt wird.

21. Verwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 20 zur Herstellung eines Rohrtargets für Kathodenzerstäubungsanlagen mit einem Sauerstoffgehalt im Außenrohr von ≤ 100 ppm und einem Gefüge, das sich aus Stengelkristalliten zusammensetzt, die senkrecht zur Oberfläche des Außenrohres angeordnet sind.

22. Verwendung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass der Sauerstoffgehalt ≤ 50 ppm beträgt.

23. Verwendung nach einem der Ansprüche 21 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass die mittlere Korngröße der Stengelkristallite 0.3 mm bis 15 mm beträgt.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

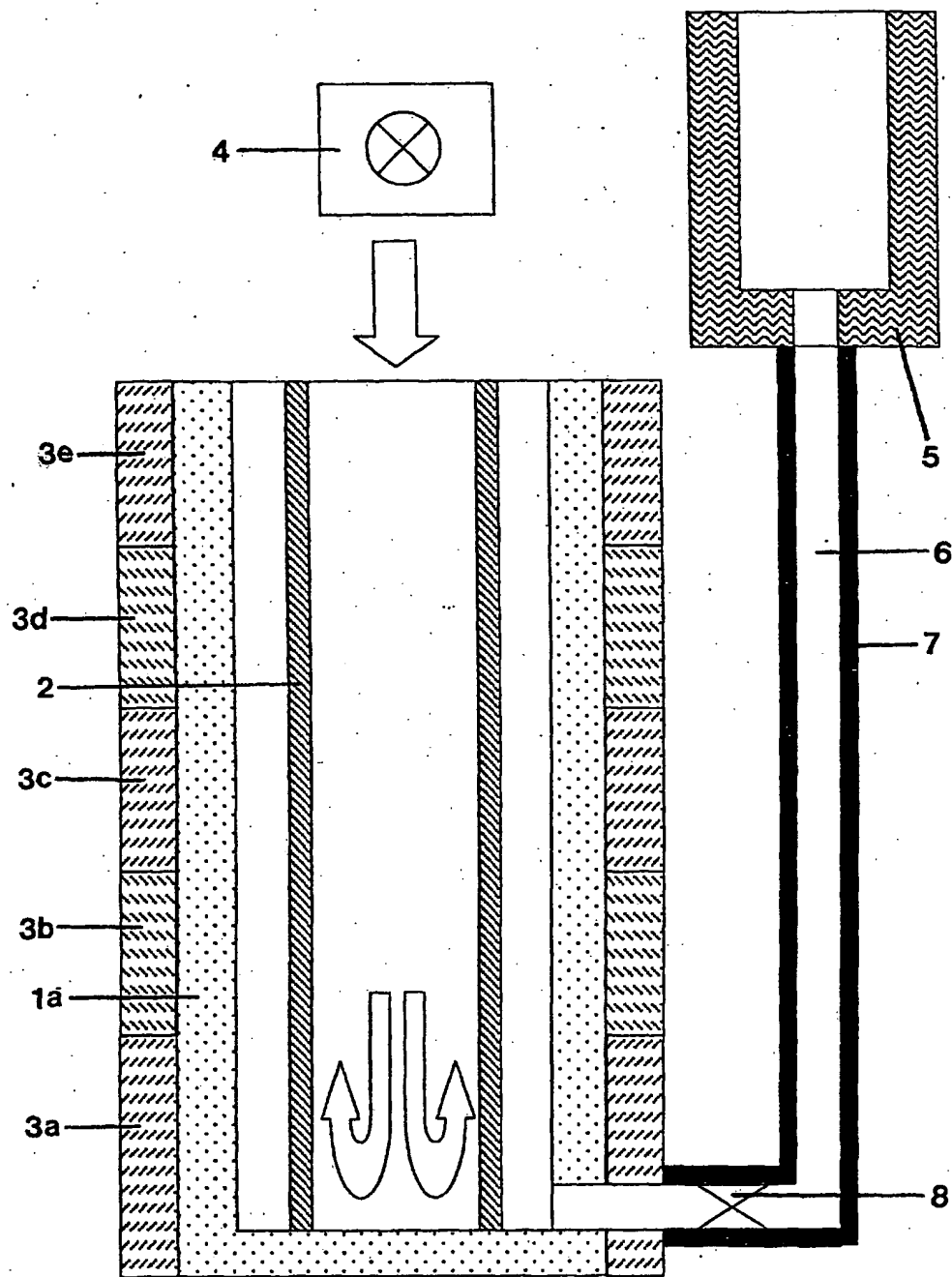


Fig.1

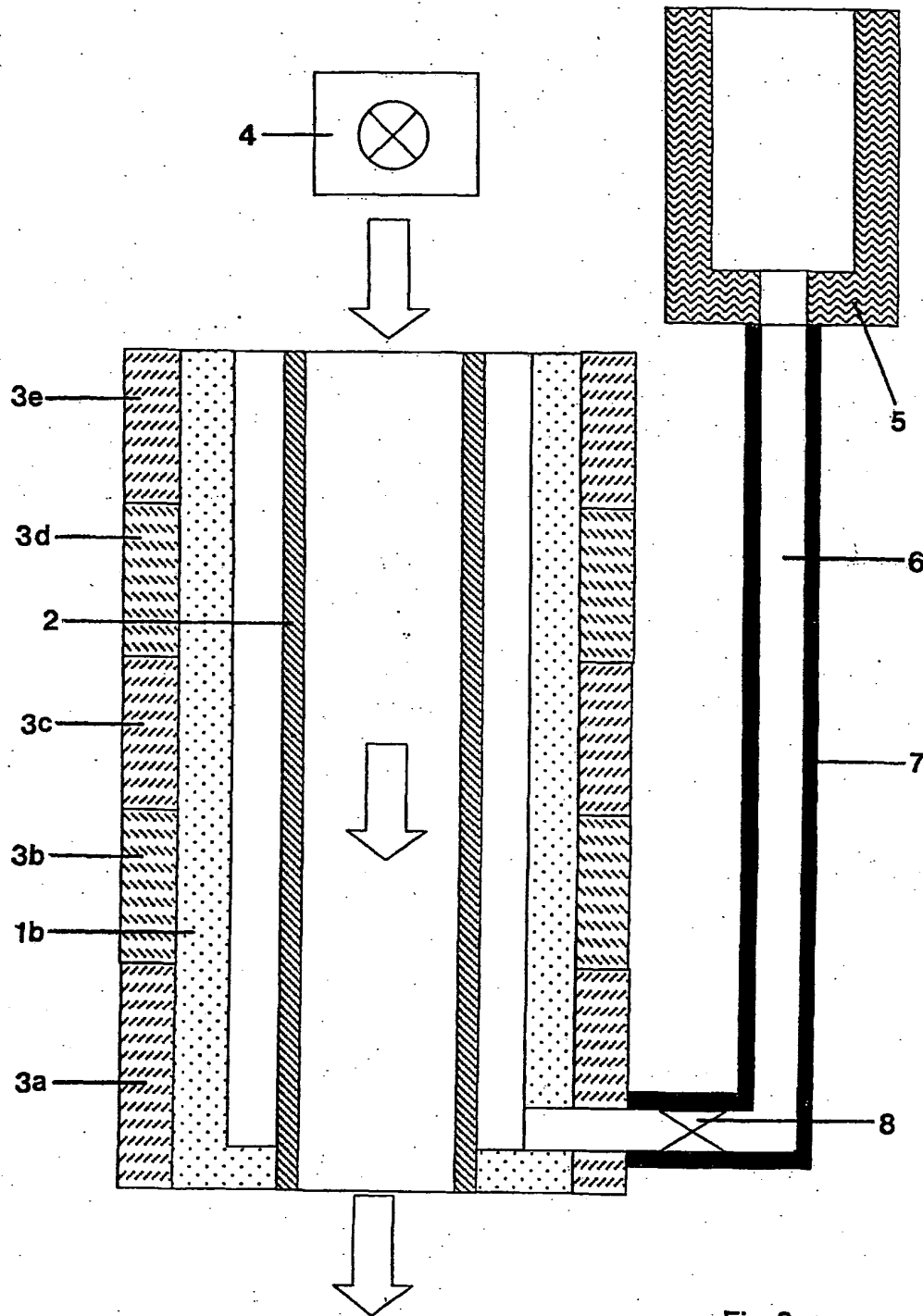


Fig.2

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)